

DOCKET NO.: 268699US6PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Albane BENARDAIS

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/FR03/03424

INTERNATIONAL FILING DATE: November 19, 2003

FOR: JOINT MATERIAL FOR JOINING SPACERS TO A GLASS SUBSTRATE

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

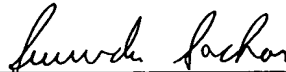
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

**COUNTRY**  
France**APPLICATION NO**  
02 15256**DAY/MONTH/YEAR**  
04 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/FR03/03424. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



\_\_\_\_\_  
Gregory J. Maier  
Attorney of Record  
Registration No. 25,599  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number  
**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)



REC'D 04 FEB 2004

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 20 NOV. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

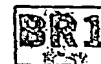
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*03

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 e II / 210502

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>75 INPI PARIS</b> LIEU <b>0215256</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>04 DEC. 2002</b> PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE AUPETIT Muriel et/ou MULLER René SAINT-GOBAIN RECHERCHE 39, quai Lucien Lefranc F-93300 AUBERVILLIERS FRANCE	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) <b>MA2 2002075 FR</b>			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____ <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date _____			
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____			
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> MATERIAU DE JONCTION ENTRE DES ESPACEURS ET UN SUBSTRAT VERRIER.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF		SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE     	
Domicile ou siège Rue Code postal et ville Pays		"Les Miroirs" 18, avenue d'Alsace 92400 COURBEVOIE FRANCE	
Nationalité N° de téléphone (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		FRANÇAISE  N° de télécopie (facultatif)	
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page

**BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**  
page 2/2

**BR2**

21/05/2002  
Réservé à l'INPI  
REALISÉ DES PIÈCES  
DATE **75 INPI PARIS**  
LIEU  
**0215256**  
N° D'ENREGISTREMENT  
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

08 540 W / 210592

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>	
Nom	AUPETIT
Prénom	Muriel
Cabinet ou Société	SAINT-GOBAIN RECHERCHE
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel	422-5/S.006
Adresse	Rue
	Code postal et ville
	Pays
N° de téléphone (facultatif)	33 1 48 39 58 52
N° de télécopie (facultatif)	33 1 48 34 66 96
Adresse électronique (facultatif)	
<b>7 INVENTEUR (S)</b>	
Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes	<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>	
Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)	Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>	
Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG	
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>	
<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Le support électronique de données est joint	<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe	<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes	
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)  Muriel AUPETIT Pouvoir N°422-5/S.006	
SAINT-GOBAIN RECHERCHE SERVICE DES BREVETS 39, quai Lucien Lefranc - BP 135 93303 AUBERVILLIERS CEDEX FRANCE ☎ +33 1 48 39 58 00	
<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>  M. ROCHET	

## MATERIAU DE JONCTION ENTRE DES ESPACEURS ET UN SUBSTRAT VERRIER.

5

L'invention concerne un matériau de jonction entre au moins un espaceur à base de céramique ou de verre, et un substrat verrier.

On utilise des espaceurs solidarisés à un substrat en verre dans la réalisation par exemple d'écrans plats émissifs, tels que des écrans à émission de  
10 champs (FED), composés par deux substrats entre lesquels est maintenu un espace d'épaisseur limitée au moyen desdits espaceurs.

Un écran FED comporte une cathode et une anode constituées par deux substrats plans en verre se faisant face. Sur la cathode sont déposés des éléments émetteurs d'électrons, comme par exemple des micropointes  
15 métalliques ou des nanotubes de carbone, et sur l'anode sont notamment déposées des matériaux luminophores émetteurs de lumières correspondant aux couleurs verte, rouge et bleue. Des électrons sont extraits de la cathode grâce à une tension d'extraction appliquée entre la cathode et des électrodes appelées "gate electrodes" disposées sur le même substrat. Ces électrons émis depuis la  
20 cathode sont alors accélérés grâce au champ électrique généré par l'application d'une tension entre l'anode et la cathode. Ils atteignent les luminophores de l'anode qui excités, émettent leur couleur et engendrent une image. Un espace bien défini, typiquement de 0,1 à 5 mm sépare les deux substrats scellés entre eux, cet espace dans lequel règne le vide étant nommé gap. Du fait du vide entre  
25 les deux substrats, la différence de pression avec l'extérieur crée une force qui tend à écraser les substrats. Aussi, afin de résister à la pression atmosphérique pour que l'écran n'implose pas, on agence entre les deux substrats des pièces d'écartement, que sont les espaceurs, qui permettent de maintenir une distance entre les deux substrats en verre.

30

L'utilisation d'espaceurs solidarisés avec au moins un substrat verrier ne se limite bien entendu pas à cette application d'écrans FED, et d'autres utilisations pour lesquelles il est aussi nécessaire de maintenir un écartement constant entre deux substrats, peuvent être envisagées telles que par exemple des écrans plasma, des lampes planes, des doubles vitrages sous vide ou encore des

vitrages thermochromes. L'expression lampes planes doit être comprise comme englobant des lampes pouvant présenter une courbure sur au moins une partie de leur surface, quelle que soit par ailleurs la technologie de ces lampes.

5 D'une manière générale, l'utilisation qui est faite de ces espaceurs sert à constituer des pièces d'écartement, des pièces de séparation entre deux substrats.

La solidarisation d'espaceurs à un substrat verrier peut être réalisée de différentes manières.

10 Une solution proposée est celle décrite dans le brevet US 6 042 445. Dans ce document, une extrémité de l'espaceur est revêtue d'un matériau métallique par des techniques de dépôt connues, du type dépôt sous vide, et le substrat est également recouvert d'un revêtement métallique par des techniques connues, du type également dépôt sous vide. Les matériaux métalliques utilisés sont de préférence de l'or, mais peuvent être choisis aussi parmi l'aluminium, le cuivre ou  
15 le nickel. Les espaceurs recouverts de métal sont appliqués contre le substrat métallisé, et une source de chaleur telle qu'un laser est dirigée sur l'ensemble afin d'assurer une soudure des deux éléments métallisés.

Le brevet US 5 561 343 propose une autre solution, un collage par ultrasons. Ce document montre qu'une extrémité des espaceurs est pourvue d'un  
20 métal comprenant de l'or ou de l'aluminium apte à subir une soudure par ultrasons, et le substrat comporte des zones métallisées contre lesquelles sont destinées à être appliquées les extrémités d'espaceurs. La soudure est obtenue à l'aide d'ultrasons délivrés par un dispositif adapté.

25 Mais ces opérations de métallisation parfois difficiles à mettre en œuvre, et/ou coûteuses, et pouvant nécessiter des étapes supplémentaires à un simple collage vont dans un sens contraire à l'amélioration toujours souhaitée des coûts de production.

Par ailleurs, dans une utilisation pour écrans émissifs, notamment pour les écrans FED, pour lesquels des échanges de charges ont lieu entre la cathode et  
30 l'anode afin d'activer les luminophores, il peut apparaître à la surface des espaceurs des charges qui risquent d'influer de manière parasite sur des luminophores adjacents à ceux activés et qu'on ne souhaite par contre pas activer.

Par ailleurs, pour ce type d'application d'écrans émissifs, il convient de fournir des moyens de collage et éventuellement un procédé de collage qui assurent un positionnement parfait des espaceurs afin qu'ils assurent une tenue mécanique durable, sans implosion de l'écran.

5        En outre, le positionnement des espaceurs à l'endroit souhaité dans le plan du substrat et selon une direction parfaitement perpendiculaire au plan du substrat, et de manière répétée pour l'ensemble des espaceurs sur la totalité du substrat est également important lorsqu'il s'agit de fabriquer un écran pour lequel les luminophores sont agencés après et en fonction de la disposition desdits  
10    espaceurs.

L'invention a donc pour but de proposer des moyens de solidarisation qui n'engendrent pas les inconvénients cités, et qui peuvent assurer un positionnement adéquat des espaceurs ainsi qu'assurer la fonction d'évacuation des charges apparaissant à la surface des espaceurs afin d'empêcher la création  
15    de charges parasites qui activeraient de manière intempestive les luminophores.

L'invention y parvient grâce à un matériau de jonction qui est caractérisé en ce qu'il comprend un émail mélangé à au moins un oxyde de métal se présentant sous forme de particules. Avantageusement, l'oxyde de métal est stable dans le temps et en température jusqu'à 600°C au plus. Il contient un ou plusieurs des  
20    éléments suivants : Zr, V, Al, Cr, Mn, Fe, Ca, Si, Co, Ni, Zn, Ti, Nb, W, Sb, Pb, Sn, Cu, Ru, Ir. De préférence, il s'agit d'oxyde de ruthénium.

Selon une caractéristique, le matériau présente une résistivité comprise entre  $10^5$  et  $10^{10}$   $\Omega$ .cm.

Selon une autre caractéristique, le matériau comporte au moins un solvant  
25    et de la résine. Et avantageusement, le matériau présente à température ambiante une viscosité au plus égale à 50 Pa.s.

Le matériau de l'invention permet de réaliser une structure comportant deux substrats verriers maintenus écartés à l'aide d'espaceurs, les espaceurs étant solidarisés par l'une de leurs extrémités avec au moins un substrat grâce  
30    audit matériau de jonction.

Selon une caractéristique d'une telle structure, l'extrémité opposée des espaceurs reposant contre l'autre substrat est revêtue d'au moins un matériau de liaison qui peut comporter le matériau de jonction. Avantageusement, le matériau



de jonction peut constituer un moyen adapté à combler une différence de hauteur entre une extrémité d'espaceur et un substrat.

Dans une telle structure, les espaceurs sont conducteurs ou non conducteurs d'électricité.

5           Avantageusement, la résistance de contact du matériau de jonction localisé entre un espaceur et un substrat est négligeable par rapport à la résistance de l'espaceur.

10           Le procédé de solidarisation d'espaceurs et d'un substrat verrier au moyen du matériau de l'invention est caractérisé en ce que les espaceurs sont maintenus en position fixe et sont recouverts sur l'une de leurs extrémités du matériau de jonction, et le substrat verrier est rapporté contre lesdites extrémités des espaceurs recouverts du matériau de jonction, l'ensemble de la structure, substrat et espaceurs, subissant ensuite un recuit. On définit comme température de recuit, une température au plus égale à 600°C.

15           Avantageusement, l'extrémité opposée des espaceurs assemblés au substrat comme expliqué ci-dessus, sera recouverte d'un matériau de liaison et un autre substrat sera rapporté contre lesdites extrémités opposées des espaceurs, l'ensemble des deux substrats et des espaceurs subissant ensuite un dernier recuit.

20           Dans une variante du procédé, les espaceurs revêtus du matériau de jonction sur l'une et/ou l'autre de leurs extrémités sont recuits préalablement à leur association avec le substrat.

25           Enfin, le matériau de l'invention peut être utilisé dans la fabrication d'écrans émissifs, du type écrans plasma ou écrans FED, de lampes planes, de vitrages isolant sous vide, de vitrages thermochromes.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description qui suit, en regard des dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 illustre le matériau de jonction entre un substrat et des espaceurs;
- 30       - la figure 2 illustre le dispositif de mesure de la résistivité du matériau de jonction;
- la figure 3 montre la structure de la figure 1 à laquelle est associée un autre substrat.

Les figures ne sont pas réalisées à l'échelle pour en faciliter la compréhension.

La figure 1 illustre un substrat 10 sur lequel sont collés des espaceurs 20 grâce à un matériau de jonction 30.

5 Le substrat 10 est en verre, et présente du côté du collage des espaceurs une surface plane.

Les espaceurs 20 sont à base de verre ou de céramique, ils sont conducteurs ou non conducteur d'électricité, et peuvent présenter diverses formes, dont la section peut être notamment circulaire, rectangulaire ou en forme  
10 de croix.

Ils sont solidarisés avec le substrat 10 par l'une de leur extrémité 21.

Le matériau de jonction 30, lorsqu'il est en place et assure sa fonction de collage, couvre de manière homogène l'extrémité 21 des espaceurs. Il présente une épaisseur de l'ordre de 1 à 100  $\mu\text{m}$  dans une application d'écran FED.

15 Le matériau de jonction 30 comprend un émail mélangé à au moins un élément conducteur électrique, en particulier un oxyde de métal se présentant sous forme de particules.

L'émail est à base de verre dont la composition est choisie parmi les compositions de fritte de scellement habituellement utilisées dans l'industrie  
20 verrière. Le scellement implique un chauffage à une température au plus de 600°C. Pour une utilisation dans un écran émissif, la température de scellement est de préférence comprise entre 400 et 550°C. Dans d'autres utilisations, par exemple pour la solidarisation d'espaceurs en tant que pièces d'écartement pour un vitrage isolant du type sous vide, il pourra s'agir de plus basses températures  
25 de l'ordre de 200°C qui permettent ainsi d'éviter la détrempe des vitrages et/ou de réduire le coût du scellement.

Les particules d'oxyde de métal assure au matériau de jonction d'être électriquement conducteur de sorte que le matériau peut assurer outre son rôle de collage, une fonction d'évacuation de charges électriques contenues  
30 éventuellement à la surface des espaceurs.

Le matériau doit être suffisamment conducteur pour évacuer lesdites charges électriques. Sa résistivité électrique doit cependant rester suffisamment grande de manière à éviter l'effet d'émission parasite. L'émission parasite est par exemple mise en évidence dans un écran à émission de champs lorsque seule

est appliquée une tension entre la cathode et l'anode sans fournir une tension d'extraction. Dans ces conditions, la cathode n'émet pas d'électrons. Cependant, du fait du champ électrique créé par la tension appliquée entre la cathode et l'anode, des électrons sont extraits depuis le matériau de jonction conducteur et viennent exciter les luminophores de manière intempestive ce qui constitue une émission parasite observée tout autour de l'espaceur.

De façon à simultanément évacuer les charges électriques des espaceurs et limiter le risque d'émission parasite, le matériau présente une résistivité  $\rho$  comprise entre  $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$  et  $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ . Cette valeur est donnée pour un matériau ayant déjà subi divers traitements thermiques qui correspondent aux traitements que subirait le matériau lors de la fabrication d'un écran émissif de type FED.

La résistivité est mesurée à température ambiante sur un échantillon du matériau 30 présentant une surface  $S$ , par exemple  $1 \text{ cm}^2$ , et une épaisseur  $e$ , par exemple  $15 \mu\text{m}$ . L'échantillon est solidaire de deux substrats 10 revêtus d'une couche conductrice 11 (figure 2) pour constituer deux électrodes entre lesquelles on applique une tension, l'ensemble des substrats et de l'échantillon ayant subi les traitements thermiques nécessaires pour la fabrication d'un écran émissif. En faisant varier la tension entre 0 et 200V par exemple, on mesure le courant pour en déduire une valeur de résistance qui rapportée à l'épaisseur  $e$  et à la surface  $S$  de l'échantillon permet d'en déduire la résistivité  $\rho$ .

L'oxyde de métal présent sous forme de particules dans le matériau de jonction doit présenter, après avoir subi un recuit, les propriétés suivantes :

- être stable dans le temps et en température, c'est-à-dire que l'oxyde ne se dissout pas dans l'émail, et en particulier dans une gamme de températures pour laquelle le matériau de jonction résiste à plusieurs recuits jusqu'à  $600^\circ\text{C}$ , notamment sous vide, sous air ou sous gaz inerte, en vue de résister au procédé de scellement des espaceurs sur le substrat ainsi qu'au procédé de fabrication, par exemple d'écrans émissifs, utilisant un substrat de ce type pourvu d'espaceurs ;
  - ne pas générer d'émission parasite visible autour des espaceurs.
- C'est la raison pour laquelle on préfère un oxyde de métal plutôt qu'un métal pour assurer la propriété de conductivité électrique du matériau de jonction. En effet, les inventeurs ont mis en évidence que, du fait qu'un métal présente un travail de

sortie électronique plus faible que le travail de sortie électronique des oxydes de métaux, l'extraction des électrons sous un champ électrique sera moins facile pour les oxydes de métaux, ce qui limitera encore davantage le risque d'émission parasite.

- 5           -       pouvoir être réparti de manière homogène dans l'émail du matériau, de façon que l'évacuation des charges puisse se faire sur l'ensemble de la répartition du matériau de jonction et éviter une accumulation de charges électriques en certains points du matériau de jonction ce qui créerait sinon une forte perturbation du champ électrique existant dans le gap séparant l'anode et la
- 10 cathode. Ce champ perturbé dévierait de leur chemin idéal les électrons émis par la cathode, ce qui pourrait alors exciter intempestivement les luminophores.

Les particules d'oxyde de métal consistent en un ou plusieurs des éléments suivants qui ne se dissolvent pas dans l'émail aux températures décrites plus haut, en particulier jusqu'à 600°C : Zr, V, Al, Cr, Mn, Fe, Ca, Si, Co, Ni, Zn, Ti, Ni,

15 Nb, W, Sb, Pb, Sn, Cu, Ru, Ir. L'oxyde de ruthénium sera préféré pour en outre sa résistivité adéquate.

Le matériau de jonction présente donc également des propriétés adaptées au procédé de son dépôt sur les extrémités 21 des espaceurs. Ainsi, le matériau doit présenter à température ambiante une viscosité inférieure à 50 Pa.s. On

20 pourra utiliser comme solvant qui permet de contrôler la viscosité, de l'huile de pin, telle que du terpineol. La proportion de solvant utilisée influera sur la viscosité.

On choisira également un matériau qui présente un pouvoir collant dès son application sur les espaceurs avant tout traitement lié au procédé de collage tel

25 qu'une réticulation sous ultra-violets ou recuit. Ce pouvoir collant est obtenu grâce à la résine contenue dans le matériau de jonction, telle que de l'éthylcellulose. Cette résine disparaît après un premier recuit.

Nous allons à présent décrire le procédé de collage d'espaceurs contre un substrat à l'aide du matériau de jonction de l'invention en vue par exemple de la

30 fabrication d'une structure avec substrats écartés par des espaceurs telle qu'un écran FED.

Dans une première étape, le scellement d'un premier substrat avec les espaceurs est fait en milieu ouvert, et dans une seconde étape, le scellement est

effectué en milieu fermé, c'est-à-dire que ledit substrat pourvu des espaceurs est scellé hermétiquement avec un autre élément tel qu'un autre substrat (figure 3).

Au cours de la première étape, le matériau de jonction est déposé par tous moyens adaptés sur les extrémités 21 des espaceurs, les extrémités étant  
 5 maintenues selon un réseau périodique dans un même plan ; le substrat est ensuite rapporté contre les espaceurs et une opération de recuit à environ 550°C sous vide de l'ensemble est effectuée pour assurer la consolidation du collage, l'évacuation des solvants et de la résine, éventuellement polluants, étant effectuée par tous moyens adaptés. L'évacuation des solvants et de la résine est  
 10 utile à ce stade en milieu ouvert car sinon, si toute la structure pour un écran FED était scellée en une seule étape et donc en milieu fermé, les solvants et la résine volatilisés par le chauffage du matériau de jonction pourraient se concentrer au cours du temps dans le milieu hermétique entre les deux substrats, ce qui pourrait polluer des éléments de l'écran tels que les luminophores ou les éléments  
 15 émetteurs d'électrons, dégradant les performances de l'écran.

A noter que le dépôt du matériau de jonction sur les espaceurs peut par exemple être réalisé en déposant une couche du matériau sur une plaque de grandeur au moins sensiblement équivalente à la surface de répartition des espaceurs. Tandis que les espaceurs sont maintenus en position par un dispositif  
 20 avec une multitude de pinces par exemple, on vient appliquer temporairement la plaque revêtue du matériau avec une légère pression si nécessaire contre les extrémités des espaceurs pour obtenir un dépôt. En variante, les espaceurs maintenus en position sont amenés au niveau de leur extrémité dans un bain de colle pour effectuer le dépôt.

25 Le matériau de l'invention par son pouvoir collant avant même un premier recuit permet d'assurer lors de l'association du substrat aux espaceurs pourvus du matériau un maintien en place des espaceurs sans risque de les déplacer involontairement. En effet, un écart de positionnement pourrait provoquer dans l'utilisation du substrat avec espaceurs des problèmes de fonctionnement  
 30 intempestif tel que l'activation non désiré de certains luminophores dans un écran émissif.

De plus, par sa viscosité adaptée, la colle est répartie de manière homogène sur les extrémités des espaceurs ce qui permet d'obtenir une conduction électrique équilibrée et homogène à l'extrémité des espaceurs par

laquelle les charges électriques sont destinées à être évacuées quant à l'application dans un écran émissif. En effet, en cas d'irrégularité de conduction électrique, les lignes de champs générées par l'accumulation de charges en un endroit engendreraient la déviation des électrons émis par la cathode qui  
 5 viendraient ainsi allumer des luminophores qu'on ne souhaite pas activer.

Dans la seconde étape, on rapporte un autre substrat 40 contre l'autre extrémité libre 22 des espaceurs qu'on a éventuellement recouverte préalablement d'un matériau de liaison 50, tel que le matériau de jonction de l'invention par exemple, un moyen de scellement (fritte de verre ou matériau de  
 10 l'invention) étant par ailleurs agencé à la manière d'un cadre sur l'ensemble de la périphérie de l'un des substrats. A l'aide d'un ou de plusieurs recuits de l'ensemble selon sa destination et d'une pression exercée sur le second substrat, on procède au scellement de l'ensemble.

Avantageusement, dans le cas d'un écran FED et pour les première et/ou  
 15 seconde étapes, on effectuera un recuit juste après le dépôt du matériau de jonction contre les extrémités des espaceurs, et avant l'association du ou des substrats auxdits espaceurs, de façon à éliminer les solvants et la résine. En dernier lieu, on réalise le scellement de l'écran par au moins un recuit à une température inférieure à 500°C par exemple, et simultanément le vide est fait à  
 20 l'intérieur de l'écran. De cette manière, le matériau de jonction se ramollit et sous l'effet de la pression atmosphérique s'exerçant contre les faces extérieures de l'écran, le matériau de jonction au niveau des extrémités 21 et/ou 22 des espaceurs s'écrase contre le et/ou les substrats, assurant ainsi une meilleure liaison conductrice.

25 Pour une évacuation des charges optimales, les inventeurs ont mis en évidence qu'il est nécessaire que la résistance de contact du matériau de jonction localisé entre un espaceur et un substrat soit négligeable par rapport à la résistance de l'espaceur. On entend par négligeable, inférieur d'au moins un facteur dix.

30 Afin de s'assurer de cette caractéristique, les inventeurs ont montré qu'il suffisait de mesurer la résistance de l'ensemble d'une structure composée par les espaceurs, le matériau de jonction et les substrats revêtus d'une couche conductrice pour constituer des électrodes et de la comparer à la résistance totale des espaceurs attendue ou calculée connaissant leur nombre, leur géométrie et la

résistivité du ou des matériaux qui les constituent. La résistance de la structure est déduite en appliquant une tension variable entre les deux substrats de la structure et en mesurant le courant. Lorsque la résistance mesurée de la structure est sensiblement équivalente à la résistance attendue des espaceurs, la  
5 résistance de contact est effectivement considérée comme négligeable.

Un avantage supplémentaire est donné par l'utilisation du matériau de jonction comme moyen de solidarisation des espaceurs avec le substrat, en autorisant l'emploi d'espaceurs de dimension sensiblement inférieure à la taille exigée et correspondante à l'écartement par exemple de deux substrats. En effet,  
10 s'il arrive que quelques espaceurs aient en sortie de fabrication une hauteur inférieure à la taille voulue, ils pourront tout de même être utilisés comme pièces d'écartement car le matériau rattrapera l'écart de hauteur lors de l'association des espaceurs aux deux substrats.

Il est à noter que l'utilisation d'espaceurs collés avec le matériau de jonction  
15 de l'invention peut être envisagée dans toute application nécessitant de maintenir constant un écartement entre deux substrats. Et à titre non limitatif, les applications peuvent être des écrans à émission de champs, des écrans plasma, des lampes planes, des doubles vitrages sous vide ou encore des vitrages thermochromes.

## REVENDICATIONS

1. Matériau de jonction (30) entre au moins un espaceur (20) à base de céramique ou de verre et un substrat verrier (10), **caractérisé en ce qu'il** comprend un émail mélangé à au moins un oxyde de métal se présentant sous  
5 forme de particules.
2. Matériau selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** présente une résistivité comprise entre  $10^5$  et  $10^{10}$   $\Omega$ .cm.
3. Matériau selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** les particules d'oxyde de métal sont stables dans le temps et en température jusqu'à  
10 600°C au plus.
4. Matériau selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les particules d'oxyde de métal consistent en un ou plusieurs des éléments suivants : Zr, V, Al, Cr, Mn, Fe, Ca, Si, Co, Ni, Zn, Ti, Nb, W, Sb, Pb, Sn, Cu, Ru, Ir.
- 15 5. Matériau selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'oxyde de métal est de l'oxyde de ruthénium.
6. Matériau selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** présente une viscosité au plus égale à 50 Pa.s.
7. Matériau selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
20 **caractérisé en ce qu'il** comporte au moins un solvant et de la résine.
8. Structure comportant deux substrats (10, 40) verriers maintenus écartés à l'aide d'espaceurs (20), les espaceurs étant solidarisés par l'une de leurs extrémités (21) avec au moins un substrat (10) grâce au matériau de jonction (30) selon l'une quelconque des revendications précédentes.
- 25 9. Structure selon la revendication 8, **caractérisée en ce que** l'extrémité (22) opposée des espaceurs reposant contre l'autre substrat (40) est revêtue d'au moins un matériau de liaison (50).
10. Structure selon la revendication 9, **caractérisée en ce que** le matériau de liaison (50) comporte le matériau de jonction (30).
- 30 11. Structure selon l'une des revendications 8 à 10, **caractérisée en ce que** le matériau de jonction (30) constitue un moyen adapté à combler une différence de hauteur entre une extrémité d'espaceur et un substrat.



12. Structure selon l'une des revendications 8 à 11, **caractérisée en ce que** les espaceurs sont conducteurs ou non conducteurs d'électricité.

13. Structure selon l'une des revendications 8 à 12, **caractérisée en ce que** la résistance de contact du matériau de jonction localisé entre un espaceur et un substrat est négligeable par rapport à la résistance de l'espaceur.

14. Procédé de solidarisation entre des espaceurs (20) et un substrat verrier (10) au moyen du matériau de jonction selon l'une des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** les espaceurs (20) sont maintenus en position fixe et sont recouverts sur l'une de leurs extrémités (21) du matériau de jonction (30), et le substrat verrier (10) est rapporté contre lesdites extrémités (21) des espaceurs recouverts du matériau de jonction, l'ensemble de la structure, substrat et espaceurs, subissant ensuite un recuit.

15. Procédé selon la revendication 14, **caractérisé en ce que** l'extrémité opposée (22) des espaceurs (20) assemblés au substrat est recouverte d'un matériau de liaison (50) et un autre substrat (40) est rapporté contre lesdites extrémités (22) des espaceurs, l'ensemble des deux substrats et des espaceurs subissant ensuite un recuit.

16. Procédé selon la revendication 14 ou 15, **caractérisé en ce que** les espaceurs (20) revêtus du matériau de jonction (30) sur l'une et/ou l'autre de leurs extrémités (21, 22) sont recuits préalablement à leur association avec le substrat.

17. Utilisation du matériau de jonction selon l'une des revendications 1 à 7 à la fabrication d'écrans émissifs, du type écrans plasma ou écrans FED, de lampes planes, de vitrages isolants sous vide, de vitrages thermochromes.

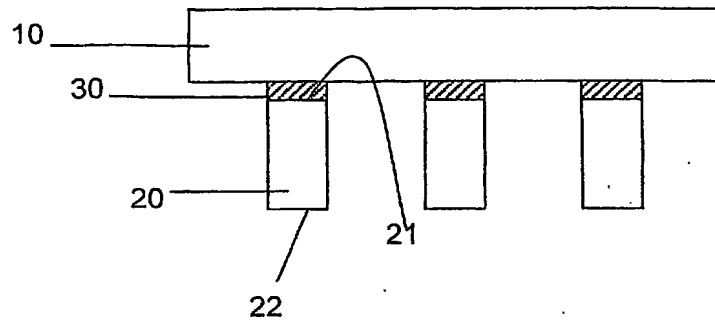


FIG. 1

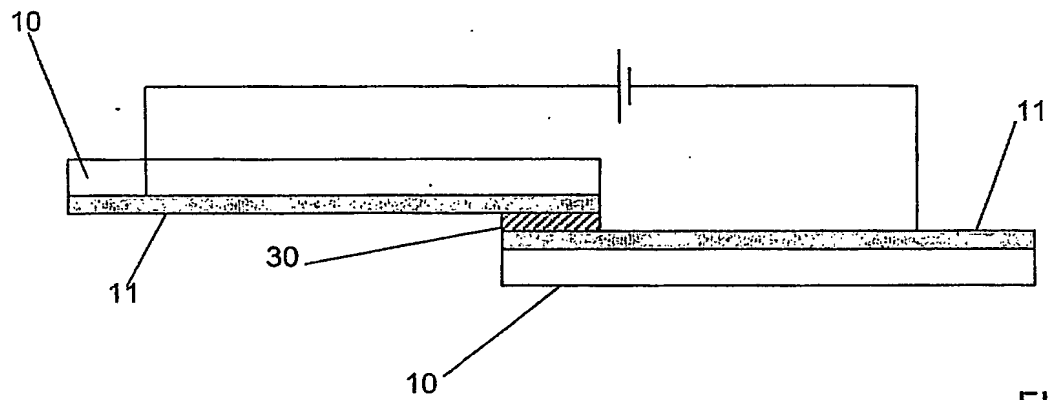


FIG. 2

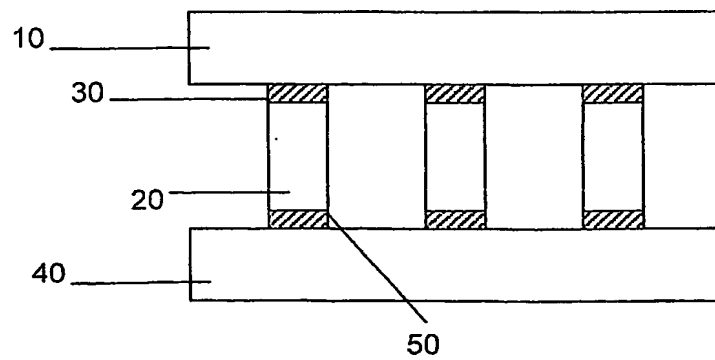


FIG. 3



**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**  
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.  
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 26CS99

Vos références pour ce dossier (facultatif)		MA2 2002075 FR	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		02 15256	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)  MATERIAU DE JONCTION ENTRE DES ESPACEURS ET UN SUBSTRAT VERRIER.			
LE(S) DEMANDEUR(S) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE "Les Miroirs" 18 Avenue d'Alsace F-92400 COURBEVOIE FRANCE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BENARDAIS	
Prénoms		Albane	
Adresse	Rue	14, rue Charpentier	
	Code postal et ville	92340	BOURG-LA-REINE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANQUANT (Nom et qualité du signataire) <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 10px auto;"><b>SAINT-GOBAIN RECHERCHE</b> <b>SERVICE DES BREVETS</b> 39, quai Lucien Lefranc - BF 135 93303 AUBERVILLIERS CEDEX Tél. 01 43 31 40 39 58 00 Pouvoir N° 422-5/S.006</div>			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

1987-1-14-81

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

PCT Application  
**PCT/FR2003/003424**



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**